

Microstructure and Thermal Property of $\text{Fe}_{79}\text{Zr}_8\text{W}_1\text{B}_{12}$ Alloy

Yurong Yang, Li Liu, Guomin Yan, Yanmei Pi

Department of Physics and Chemistry, Heihe University, Heihe Heilongjiang
Email: yang412214@126.com

Received: Apr. 23rd, 2015; accepted: May 8th, 2015; published: May 12th, 2015

Copyright © 2015 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

$\text{Fe}_{79}\text{Zr}_8\text{W}_1\text{B}_{12}$ amorphous alloy was prepared by melt-spinning and annealed at different temperatures. The thermal property and microstructures were investigated by differential thermal analysis (DTA), X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscope (TEM). The crystallization progress of $\text{Fe}_{79}\text{Zr}_8\text{W}_1\text{B}_{12}$ alloy is as follows: amorphous \rightarrow residual amorphous + α -Fe + α -Mn type \rightarrow α -Fe + Fe_3Zr + ZrFe_2 + BFe. The activation is divided into two intervals because the α -Fe and α -Mn type phases have different nucleation rates.

Keywords

Amorphous, Microstructure, Thermal Property

$\text{Fe}_{79}\text{Zr}_8\text{W}_1\text{B}_{12}$ 合金的微观结构及热性能研究

杨玉蓉, 刘立, 闫国民, 皮艳梅

黑河学院物理化学系, 黑龙江 黑河
Email: yang412214@126.com

收稿日期: 2015年4月23日; 录用日期: 2015年5月8日; 发布日期: 2015年5月12日

摘要

采用熔体快淬法制备 $\text{Fe}_{79}\text{Zr}_8\text{W}_1\text{B}_{12}$ 合金非晶薄带, 在不同退火温度下对其进行热处理。结合差热分析仪

(DTA), X射线衍射仪(XRD)和透射电镜(TEM)等测试技术对Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂合金的热性能和微观结构进行研究。结果表明: Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂合金的晶化过程为非晶→剩余非晶 + α -Fe + α -Mn型→ α -Fe + Fe₃Zr + ZrFe₂ + BFe。由于 α -Fe和 α -Mn型相具有不同的形核速率导致激活能被划分为两个区间。

关键词

非晶, 微观结构, 热性能

1. 引言

Fe 基纳米晶软磁材料以其优异的磁性能和低廉的成本而倍受关注, 成为近年来的研究热点[1]-[5]。许多具有优异软磁性能的 Fe 基纳米晶软磁材料是通过由熔体快淬法制备的非晶薄带, 并在一定温度下退火而产生的。Fe 基非晶合金的晶化过程通常分为二个阶段, 第一阶段为 α -Fe 相从非晶基体中析出, 第二阶段为剩余非晶相的进一步晶化及金属间化合物的形成[6]-[8]。

本文采用熔体快淬法制备了 Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 非晶合金, 研究该合金的微观结构及热稳定性。

2. 实验

采用熔体快淬法制备 Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 合金非晶薄带, 在氩气保护下, 对该非晶合金进行不同温度的等温热处理, 退火温度分别为 823, 873, 923 和 1023 K, 保温 1 h。采用差热分析仪(DTA, TG/DTA 6300)测量其热性能, 升温速率 β 分别为 10、15、20、25 和 30 K/min; 采用 X 射线衍射仪(XRD, D/max 2500/PC, Cu 靶 K _{α} 辐射, $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)测试 XRD 谱图; 采用透射电镜(TEM, JEM-2100E)测试分析样品的微观结构。

3. 实验结果与分析

图 1 为 Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 非晶合金在淬态及不同温度退火后的 X 射线衍射谱。插入图为该非晶合金在升温速率 β 为 15 K/min 的 DTA 曲线。

从图 1 可以看出, 快淬态样品的 X 射线衍射谱为明显的无定形态, 表明淬态样品处于非晶态。淬态样品经 823 K 退火后, 观察到已有少量的纳米晶粒析出。进一步热处理后, 可以确定析出的纳米晶相为 α -Fe 相和 α -Mn 型相。923K 退火后, α -Mn 型相明显减少, α -Fe 相晶化程度明显提高。M. Imafuku 等人研究结果[9] [10]表明 α -Mn 型晶化物为亚稳结构, 高温热处理该晶化物消失并向 α -Fe 相转化。1023K 退火, 合金中观察到 Fe₃Zr, ZrFe₂ 和 BFe 化合物析出。该合金的晶化过程: 非晶→剩余非晶 + α -Fe + α -Mn 型→ α -Fe + Fe₃Zr + ZrFe₂ + BFe。DTA 谱图中存在两个晶化放热峰。DTA 曲线的第一个放热峰与 α -Fe 和 α -Mn 型相的析出有关, 第二个放热峰于 α -Mn 向 α -Fe 的转化及 Fe₃Zr, ZrFe₂ 和 BFe 化合物的析出有关。亚稳态非晶相向结晶相的转变方式有三种: 多晶型转变、共晶型转变和一次结晶转变。在本文中, 初始晶化产物为 α -Fe 和 α -Mn 型相, 我们认为该合金晶化方式为共晶晶化。

图 2 为 Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 合金在 823 K 退火后的 TEM 像及选区电子衍射照片。由图 2 可以看出, 在 823 K 退火后, 已经有部分晶粒从非晶基体中析出, 且析出相的晶粒尺寸较小, 晶化程度不高。选区电子衍射表明该合金析出相为 α -Fe 相和 α -Mn 型相。与该温度下的 XRD 结果相一致。

图 3 为 Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 非晶合金在升温速率 β 分别为 10、15、20、25 和 30 K/min 下的 DTA 谱图。我们利用 Kissinger 曲线计算合金的非晶晶化激活能, Kissinger 公式[11]: $\ln(\beta/T^2) = -E/RT + \text{常数}$, 式中 E 为合金晶化激活能, R 为气体常数, β 为升温速率, T 为特征温度值。以 $\ln(\beta/T^2)$ 和 $1/T$ 作图, 可以得到斜率为 E/R 的直线, 进而得到 E 。该合金在不同升温速率下第一个晶化峰(T_p)的峰值温度分别为 899.28, 903.61, 906.86, 910.33 和 917.09 K。Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 非晶合金 T_{p1} 的 Kissinger 曲线如图 4 所示。

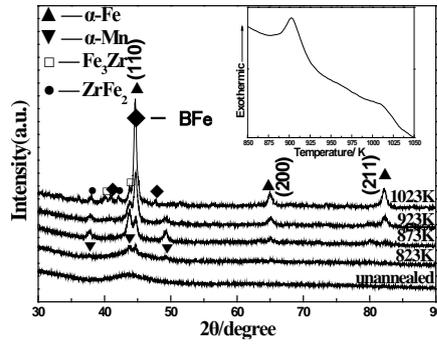


Figure 1. X-ray diffraction patterns of Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ amorphous alloy as-quenched and annealed at different annealing temperatures. The insert shows the DTA trace of the alloy as-quenched

图 1. Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 非晶合金在淬态及不同温度退火后的 X 射线衍射谱，插入图为该合金淬态的 DTA 曲线

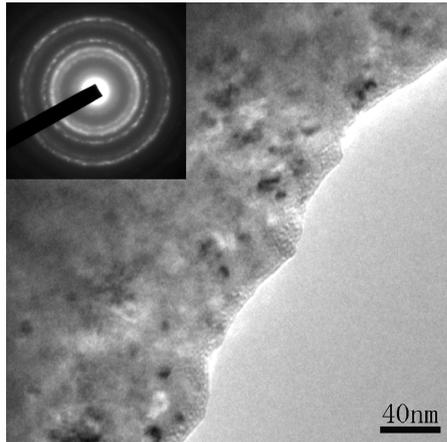


Figure 2. TEM image and selected-area electron diffraction patterns of Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ alloy after annealing at 823 K

图 2. Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 合金在 823K 退火后合金的 TEM 像及选区电子衍射照片

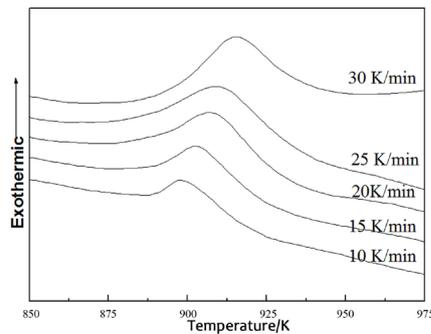


Figure 3. DTA traces of Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ amorphous alloy at different heating rates

图 3. Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ 非晶合金不同升温速率的 DTA 曲线

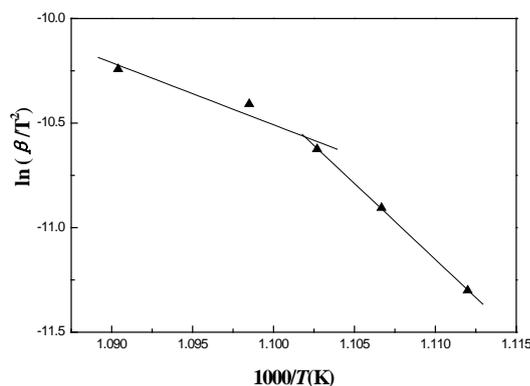


Figure 3. Kissinger plot of Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂ amorphous alloy for Tp1

图3. Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂非晶合金的Tp1的Kissinger曲线

从图4可以看出,根据斜率的不同Kissinger曲线可以明显地被划分为两个不同区间。第一个区间对应 β 为10~20 K/min,第二个区间对应 β 为20~30 K/min。两区间对应的激活能分别为604.4 kJ/mol和247.1 kJ/mol。由图1我们得知,DTA曲线的第一个放热峰对应着 α -Fe和 α -Mn型相的析出,这应该是由 α -Fe和 α -Mn型相具有不同的形核速率导致激活能被划分为两个区间。

4. 结论

(1) Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂合金在淬态时为非晶结构,其晶化过程:非晶→剩余非晶 + α -Fe + α -Mn型→ α -Fe + Fe₃Zr + ZrFe₂ + BFe。

(2) Fe₇₉Zr₈W₁B₁₂合金的DTA谱图存在两个放热峰,第一个放热峰与 α -Fe和 α -Mn型相的析出有关;第二个放热峰与 α -Mn向 α -Fe相和Fe₃Zr, ZrFe₂和BFe相的转化有关。

(3) 根据斜率的不同,Kissinger曲线曲线可以明显地被划分为两个区间,这应该是由 α -Fe和 α -Mn型相具有不同的形核速率导致激活能被划分为两个区间。

基金项目

黑龙江省教育厅科学技术研究资助项目(12541572)黑河学院青年科研拔尖人才支持计划资助(2014)。

参考文献 (References)

- [1] 张志,李建中,郭金柱 (2009) FeCuNbSiB 非晶合金的纳米晶化及其软磁性能. *铸造技术*, **3**, 333-336.
- [2] 姜少宁,雷建民,张敏刚,贾明武 (2009) 铁基非晶软磁合金的制备及磁性能研究. *电子元件与材料*, **7**, 30-32.
- [3] 曹玲飞,汪明朴,谢丹,郭明星,徐根应 (2005) 机械合金化制备 FeMB 纳米晶软磁材料的研究. *材料导报*, **IV5**, 20-26.
- [4] 李宇明,余红雅,刘仲武,曾德长 (2010) 冷却速度对快淬 Fe-Si-B-Cu 合金结构和磁性能的影响. *热加工工艺*, **06**, 135-138.
- [5] Yu, W.Q., Sun, Y.M., Liu, Y.D., et al. (2012) The effect of Nb addition on the thermal property, microstructure and magnetic property of FeCoZrB alloys. *Optoelectronics and Advanced Materials—Rapid Communications*, **6**, 145-148.
- [6] Al-Haj, M. and Barry, J. (1998) Nanocrystallization kinetics of Fe85.5Zr4Nb4B5.5, all amorphous alloy. *Journal of Materials Science Letters*, **17**, 1125-1127.
- [7] Zhu, D.M., Raviprasad, K., Suzuki, K. and Ringer, S. (2004) Structural and microstructural evolution of nanocrystalline soft magnetic Fe93-x-yZr7BxCu_y alloys. *Materials Forum*, **27**, 74-79.
- [8] Suzuki, K. and Makino, A. (1994) The role of boron in nanocrystalline Fe-Zr-B soft magnetic alloys. *Materials Science and Engineering A*, **179-180**, 501-505.

- [9] Imafuku, M., Sato, S., Koshiba, H., Matsubara, E. and Inoue, A. (2000) Crystallization behavior of amorphous Fe_{90-x}Nb₁₀B_x(x = 10 and 30) alloys. *Materials Transactions, JIM*, **41**, 1526-1529.
- [10] Imafuku, M., Sato, S., Koshiba, H., Matsubara, E. and Inoue, A. (2001) Structural variation of Fe-Nb-B metallic glasses during crystallization process. *Scripta Materialia*, **44**, 2369.
- [11] Kissinger, H.E. (1957) Reaction kinetics in differential thermal analysis. *Analytical Chemistry Periodical*, **29**, 1702.